

**PATENT**

**IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE**

In re Application of: : Attorney Docket: 2002DE130

Harald BAUER, et al.

Serial No.: to be Assigned :

Filed: September 5, 2003 :

For: Pulverulent Flame-Retardant Composition With Low  
Dust Level, Its Use, And Process For Its Preparation,  
And Flame-Retardant Polymeric Molding Compositions

**TRANSMITTAL OF CERTIFIED COPY**

Mail Stop Patent Application  
Commissioner for Patents  
P. O. Box 1450  
Alexandria, VA 22313-1450

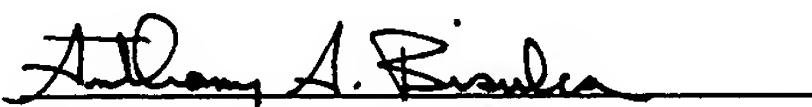
Dear Sir:

In accordance with 35 U.S.C. 119 and the International Convention, the priority and benefit of the filing date of the following foreign patent application mentioned in the declaration of this application is hereby claimed:

Country:	Germany
Application No.	102 41 374.6
Filing Date:	06 September 2002

The certified copy of the above-mentioned patent application is attached.

Respectfully submitted,

  
Anthony A. Bisulca  
Attorney for Applicant  
Registration No. 40,913

**(CUSTOMER NUMBER 25,255)**

Clariant Corporation  
Industrial Property Department  
4000 Monroe Road  
Charlotte, NC 28205  
Phone 704 331-7151  
Fax 704 331-7707

**BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND****Prioritätsbescheinigung über die Einreichung  
einer Patentanmeldung**

**Aktenzeichen:** 102 41 374.6

**Anmeldetag:** 6. September 2002

**Anmelder/Inhaber:** Clariant GmbH, Frankfurt am Main/DE

**Bezeichnung:** Staubarme, pulverförmige Flammenschutzmittel-  
zusammensetzung

**IPC:** C 08 K, C 08 J, C 09 K

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der  
ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 27. März 2003  
Deutsches Patent- und Markenamt  
Der Präsident  
Im Auftrag

Hilf...

## Beschreibung

## 5 Staubarme, pulverförmige Flammenschutzmittelzusammensetzung

Die vorliegende Erfindung betrifft eine staubarme, pulverförmige Flammenschutzmittelzusammensetzung aus einer phosphororganischen Flammschutzkomponente und mindestens einem Staubreduktionsadditiv, ein

10 Verfahren zur Herstellung dieser staubarmen, pulverförmigen Flammenschutzmittelzusammensetzung sowie polymere Formmassen und Formkörper, die eine solche staubarme, pulverförmige Flammenschutzmittelzusammensetzung enthalten.

15 Phosphororganische Verbindungen finden Anwendung als Flammenschutzmittel für thermoplastische Kunststoffe wie z. B. Polyamide oder Polyester.

20 In den vorgenannten Anwendungsgebieten kann die Verarbeitung der phosphororganischen Flammschutzkomponente auf Grund ihrer Neigung zur Staubentwicklung erschwert sein.

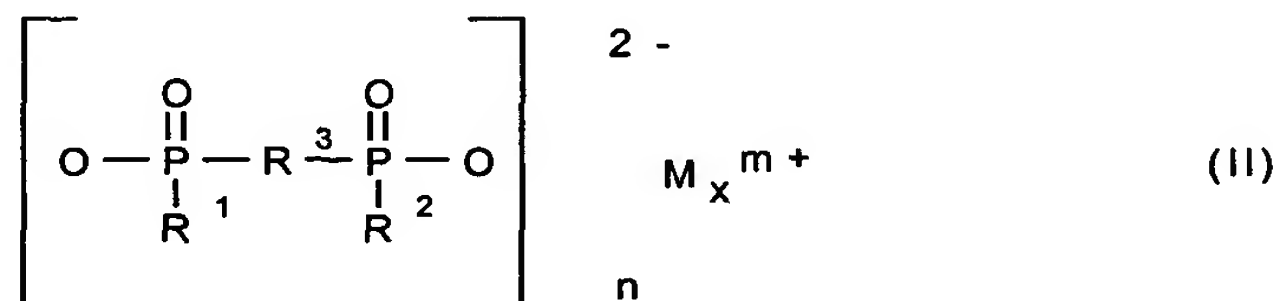
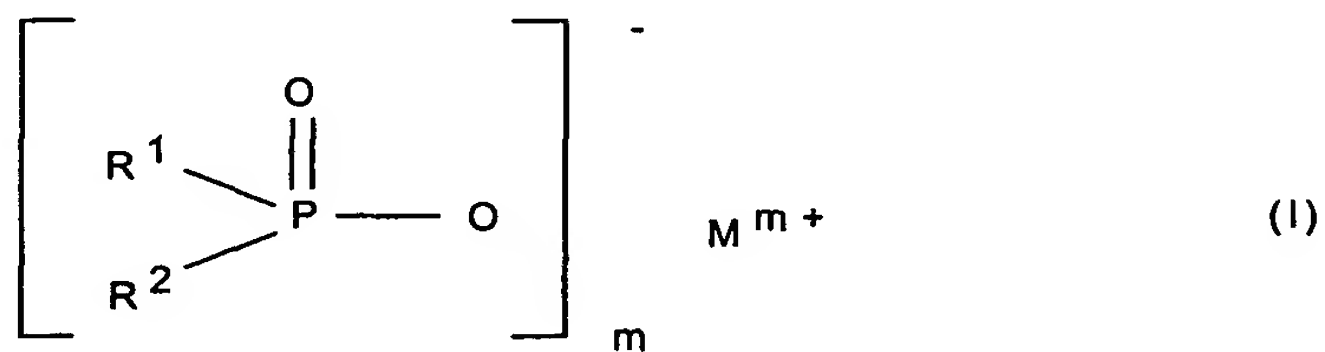
25 Die Neigung zur Staubentwicklung ist nachteilig beim Umfüllen des Feststoffes, führt zum Entweichen des Stoffes in die Umwelt, zur Verschmutzung von technischen Anlagen und kann im Extremfall zu Staubexplosionen führen.

30 Es bestand somit die Aufgabe, die Neigung von Flammenschutzmittelzusammensetzungen zur Staubbildung zu vermindern und die Rieselfähigkeit solcher Flammenschutzmittelzusammensetzungen zu erhalten bzw. zu verbessern.

Die Aufgabe wird gelöst durch eine staubarme, pulverförmige Flammenschutzmittelzusammensetzung aus einer phosphororganischen Flammschutzkomponente und mindestens einem Staubreduktionsadditiv.

Überraschenderweise wurde nun gefunden, dass durch Zusatz eines Staubreduktionsadditivs die Neigung zur Staubbildung wirksam reduziert wird und gleichzeitig die Rieselfähigkeit erhalten bzw. verbessert werden kann.

- 5 Bevorzugt handelt es sich bei der phosphororganischen Flammenschutzkomponente um ein Phosphinsäuresalz der Formel (I) und/oder ein Diphosphinsäuresalz der Formel (II) und/oder deren Polymere (Komponente A),



10

worin

$\text{R}^1, \text{R}^2$  gleich oder verschieden sind und  $\text{C}_1\text{-C}_6\text{-Alkyl}$ , linear oder verzweigt und/oder Aryl;

$\text{R}^3$   $\text{C}_1\text{-C}_{10}\text{-Alkylen}$ , linear oder verzweigt,  $\text{C}_6\text{-C}_{10}\text{-Arylen}$ , -Alkylarylen oder -Arylalkylen;

M Mg, Ca, Al, Sb, Sn, Ge, Ti, Zn, Fe, Zr, Ce, Bi, Sr, Mn, Li, Na, K und/oder eine protonierte Stickstoffbase;

m 1 bis 4;

n 1 bis 4;

20 x 1 bis 4

bedeuten.

Bevorzugt bedeutet M Calcium, Aluminium oder Zink.

Unter protonierten Stickstoffbasen werden bevorzugt die protonierten Basen von Ammoniak, Melamin, Triethanolamin, insbesondere  $\text{NH}_4^+$ , verstanden.

5 Bevorzugt sind  $\text{R}^1$ ,  $\text{R}^2$  gleich oder verschieden und bedeuten  $\text{C}_1$ - $\text{C}_6$ -Alkyl, linear oder verzweigt und/oder Phenyl.

Besonders bevorzugt sind  $\text{R}^1$ ,  $\text{R}^2$  gleich oder verschieden und bedeuten Methyl, Ethyl, n-Propyl, iso-Propyl, n-Butyl, tert.-Butyl, n-Pentyl und/oder Phenyl.

10 Bevorzugt bedeutet  $\text{R}^3$  Methylen, Ethylen, n-Propylen, iso-Propylen, n-Butylen, tert.-Butylen, n-Pentylen, n-Octylen oder n-Dodecylen.



Bevorzugt bedeutet  $\text{R}^3$  auch Phenylen oder Naphthylen.

15 Bevorzugt bedeutet  $\text{R}^3$  auch Methylphenylen, Ethylphenylen, tert.-Butylphenylen, Methylnaphthylen, Ethylnaphthylen oder tert.-Butylnaphthylen.

Bevorzugt bedeutet  $\text{R}^3$  auch Phenylmethylen, Phenylethylen, Phenylpropylen oder Phenylbutylen.

20

Bevorzugt enthält die staubarme, pulverförmige

Flammschutzmittelzusammensetzung und/oder die phosphororganische



Flammschutzkomponente weiterhin Melaminphosphat, Dimelaminphosphat,

Melaminpyrophosphat, Melaminpolyphosphate, Melampolyphosphate,

25

Melempolyphosphate und/oder Melonpolyphosphate.

Bevorzugt enthält die staubarme, pulverförmige

Flammschutzmittelzusammensetzung und/oder die phosphororganische

Flammschutzkomponente weiterhin Melaminkondensationsprodukte wie Melam,

30

Melem und/oder Melon.

Geeignet sind Kondensationsprodukte des Melamins oder Umsetzungsprodukte des Melamins mit Phosphorsäure bzw. Umsetzungsprodukte von Kondensationsprodukten des Melamins mit Phosphorsäure sowie Gemische der

genannten Produkte. Kondensationsprodukte des Melamins sind z.B. Melem, Melam oder Melon bzw. höher kondensierte Verbindungen dieses Typs sowie Gemische derselben und können z.B. durch ein Verfahren hergestellt werden, wie es in der WO-A-96/16948 beschrieben ist.

5

Unter den Umsetzungsprodukten mit Phosphorsäure versteht man Verbindungen, die durch Umsetzung von Melamin oder den kondensierten Melaminverbindungen wie Melam, Melem oder Melon etc. mit Phosphorsäure entstehen. Beispiele hierfür sind Melaminpolyphosphat, Melampolyphosphat und Melempolyphosphat bzw.

10

gemischte Polysalze, wie sie z.B. in der PCT/WO 98/39306 beschrieben sind. Die genannten Verbindungen sind bereits aus der Literatur bekannt und können auch durch andere Verfahren als die direkte Umsetzung mit Phosphorsäure hergestellt werden. Melaminpolyphosphat kann zum Beispiel analog PCT/WO 98/45364 hergestellt werden durch die Umsetzung von Polyphosphorsäure und Melamin bzw. analog PCT/WO 98/08898 durch die Kondensation von Melaminphosphat bzw. Melaminpyrophosphat.

15

Bevorzugt enthält die staubarme, pulverförmige Flammenschutzmittelzusammensetzung und/oder die phosphororganische Flammenschutzkomponente weiterhin oligomere Ester des Tris(hydroxyethyl)isocyanurats mit aromatischen Polycarbonsäuren, Benzoguanamin, Tris(hydroxyethyl)isocyanurat, Allantoin, Glycouril, Melamin, Melamincyanurat, Dicyandiamid und/oder Guanidin.

20

25

Bevorzugt enthält die staubarme, pulverförmige Flammenschutzmittelzusammensetzung und/oder die phosphororganische Flammenschutzkomponente stickstoffhaltige Phosphate der Formeln  $(\text{NH}_4)_y \text{H}_{3-y} \text{PO}_4$  bzw.  $(\text{NH}_4 \text{PO}_3)_z$ , mit y gleich 1 bis 3 und z gleich 1 bis 10.000

30

Bevorzugt enthält die staubarme, pulverförmige Flammenschutzmittelzusammensetzung und/oder die phosphororganische Flammenschutzkomponente als Komponente B eine synthetische anorganische Verbindung und/oder ein mineralisches Produkt.

Bevorzugt handelt es sich bei der Komponente B um eine Sauerstoffverbindung des Siliciums, um Magnesiumverbindungen, um Metallcarbonate von Metallen der zweiten Hauptgruppe des Periodensystems, um roten Phosphor, um Zink- oder Aluminiumverbindungen.

5

Besonders bevorzugt handelt es sich bei den Sauerstoffverbindungen des Siliciums um Salze und Ester der Orthokieselsäure und deren Kondensationsprodukte, um Silikate, Zeolithe und Kieselsäuren, um Glas-, Glas-Keramik oder Keramik-Pulver; bei den Magnesiumverbindungen um Magnesiumhydroxid, Hydrotalcite, Magnesium-Carbonate oder Magnesium-Calcium-Carbonate; bei den Zinkverbindungen um Zinkoxid, -stannat, -hydroxystannat, -phosphat, -borat oder -sulfide; bei den Aluminiumverbindungen um Aluminiumhydroxid oder -phosphat.

10

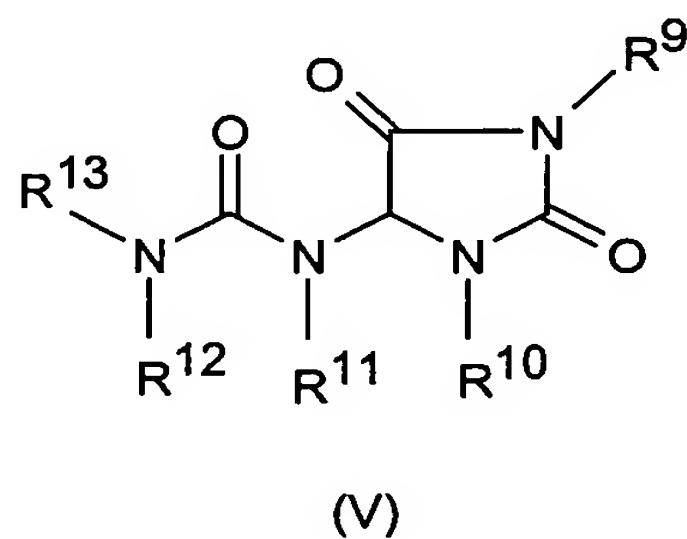
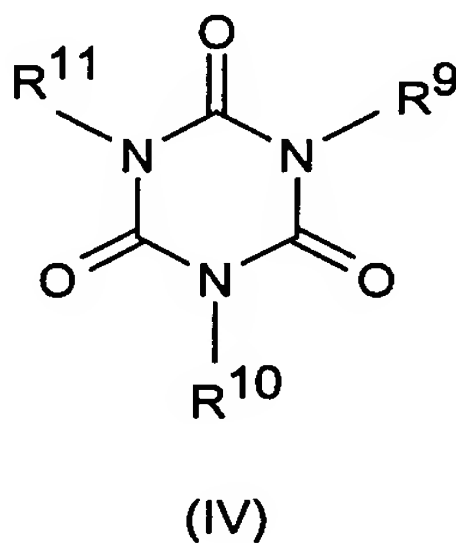
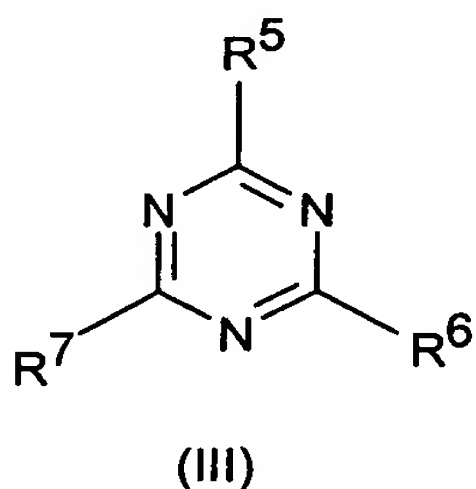
Bevorzugt enthält die staubarme, pulverförmige

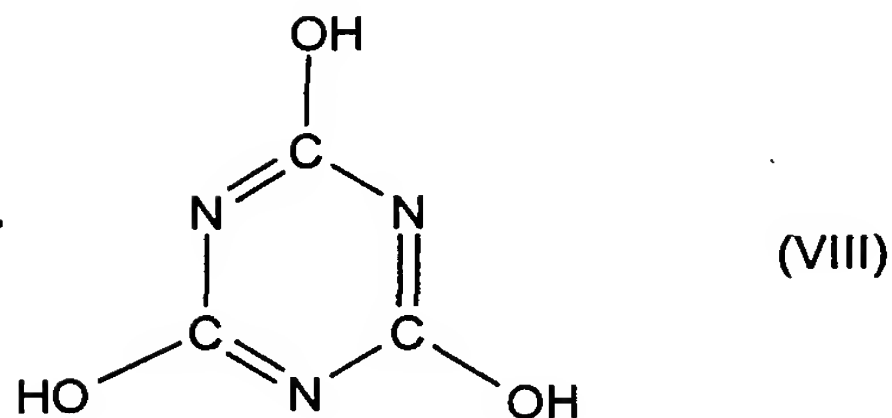
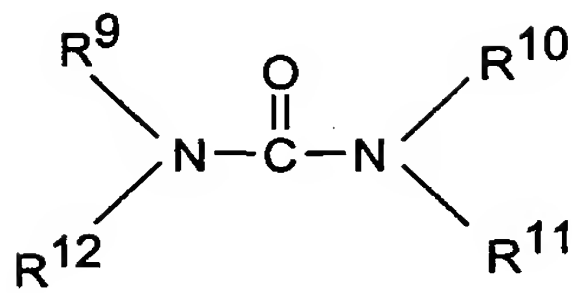
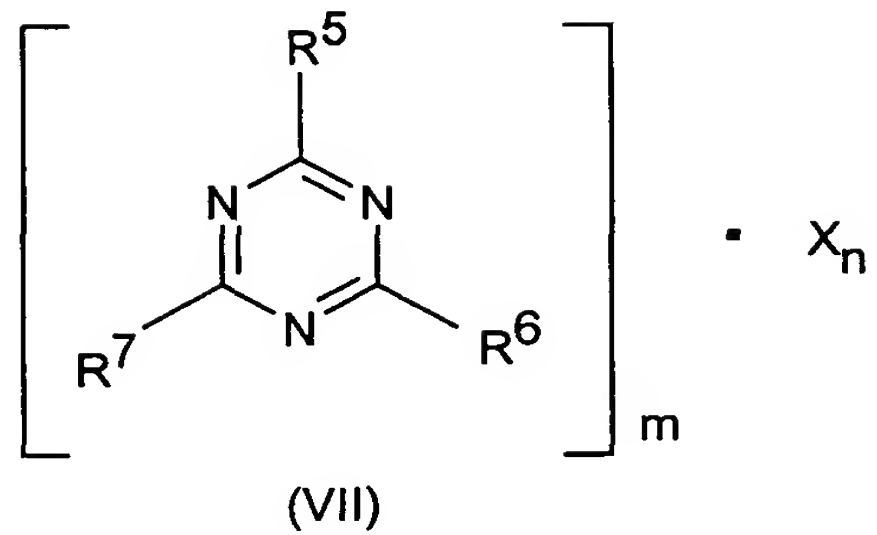
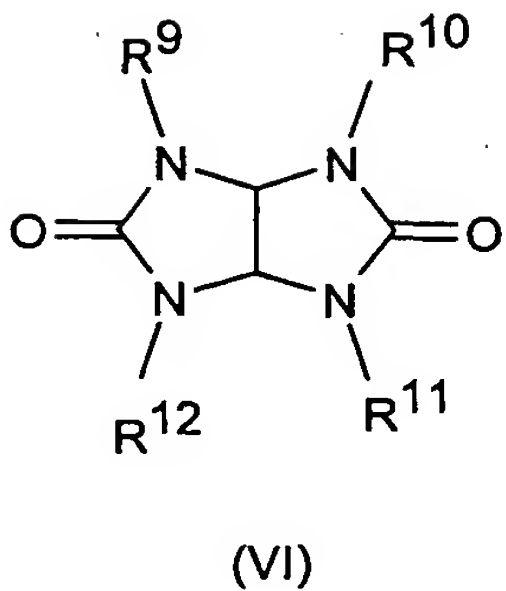
15

Flammschutzmittelzusammensetzung und/oder die phosphororganische Flammschutzkomponente als weitere Komponente C Stickstoffverbindungen.

Bevorzugt handelt es sich bei den Stickstoffverbindungen um solche der Formeln (III) bis (VIII) oder Gemische davon

20





5

worin

$R^5$  bis  $R^7$  Wasserstoff,  $C_1$ - $C_8$ -Alkyl,  $C_5$ - $C_{16}$ -Cycloalkyl oder -Alkylcycloalkyl, möglicherweise substituiert mit einer Hydroxy- oder einer  $C_1$ - $C_4$ -Hydroxyalkyl-Funktion,  $C_2$ - $C_8$ -Alkenyl,  $C_1$ - $C_8$ -Alkoxy, -Acyl, -Acyloxy,  $C_6$ - $C_{12}$ -Aryl oder -Arylalkyl,  $-OR^8$  und  $-N(R^8)R^9$ , sowie N-alicyclisch oder N-aromatisch,

10

$R^8$  Wasserstoff,  $C_1$ - $C_8$ -Alkyl,  $C_5$ - $C_{16}$ -Cycloalkyl oder -Alkylcycloalkyl, möglicherweise substituiert mit einer Hydroxy- oder einer  $C_1$ - $C_4$ -Hydroxyalkyl-Funktion,  $C_2$ - $C_8$ -Alkenyl,  $C_1$ - $C_8$ -Alkoxy, -Acyl, -Acyloxy oder  $C_6$ - $C_{12}$ -Aryl oder -Arylalkyl,

15

$R^9$  bis  $R^{13}$  die gleichen Gruppen wie  $R^8$  sowie  $-O-R^8$ ,

$m$  und  $n$  unabhängig voneinander 1, 2, 3 oder 4,

$X$  Säuren, die Addukte mit Triazinverbindungen (III) bilden können, bedeuten.

20

Bevorzugt enthält die staubarme, pulverförmige Flammenschutzmittelzusammensetzung und/oder die phosphororganische Flammschutzkomponente auch Carbodiimide.



Erfindungsgemäß sind auch synergistische Kombinationen von den genannten Phosphinaten mit den vorgenannten stickstoffhaltigen Verbindungen, die in einer ganzen Reihe von Polymeren als Flammschutzmittel effektiver wirken, als die Phosphinate allein (DE-A-196 14 424, DE-A-197 34 437 und DE-A-197 37 727). Die Flammschutzwirkung der oberflächenmodifizierten Phosphinate kann durch Kombination mit weiteren Flammschutzmitteln, vorzugsweise stickstoffhaltigen Synergisten oder Phosphor/Stickstoff Flammschutzmitteln verbessert werden.

Die bevorzugte Schüttdichte der phosphororganischen Komponente beträgt 80 bis 800 g/l, besonders bevorzugt 200 bis 700 g/l.

Bevorzugte Staubreduktionsadditive sind Alkylalkoxylate, darunter werden bevorzugt ethoxylierte Alkohole, bevorzugt primäre Alkohole, mit bevorzugt 8 bis 22 C-Atomen und bevorzugt 1 bis 80 EO-Einheiten pro Mol Alkohol, eingesetzt, wobei der Alkoholrest linear oder bevorzugt in 2-Stellung methylverzweigt ist oder lineare und methylverzweigte Reste im Gemisch enthält, so wie dies üblicherweise in Oxoalkoholresten der Fall ist. Zu den bevorzugten ethoxylierten Alkoholen gehören beispielsweise C<sub>11</sub>-Alkohole mit 3, 5, 7, 8 und 11 EO-Einheiten, (C<sub>12</sub>-C<sub>15</sub>)-Alkohole mit 3, 6, 7, 8, 10 und 13 EO-Einheiten, (C<sub>14</sub>-C<sub>15</sub>)-Alkohole mit 4, 7 und 8 EO-Einheiten, (C<sub>16</sub>-C<sub>18</sub>)-Alkohole mit 8, 11, 15, 20, 25, 50 und 80 EO-Einheiten und Mischungen derselben, wie z.B. die Genapol-Typen T80, T110, T150, T200, T250, T500, T800 der Fa. Clariant GmbH. Die angegebenen Ethoxylierungsgrade stellen statistische Mittelwerte dar, die für ein spezielles Produkt eine ganze oder eine gebrochene Zahl sein können. Zusätzlich zu diesen können auch Fettalkohol-EO/PO-Addukte eingesetzt werden.

Weitere bevorzugte Staubreduktionsadditive sind Paraffinöle bzw. Mineralöle mit Siedepunkten über ca. 360°C, Weichparaffin mit Schmelzpunkten von ca. 38 bis 60°C, Tafelparaffine mit Schmelzpunkten von ca. 60 bis 62 °C und chloriertes Paraffinöl, mit einem Chlorgehalt von 70 % und einer Viskosität von 1200 Centipoise.

Weitere bevorzugte Staubreduktionsadditive sind Silikonöle mit Molekulargewichten von 1.000 bis 150.000 g/Mol und Viskositäten von 10 bis 1.000.000 mPas\*s.

Beispiele sind Wacker Siliconöl AK 35<sup>®</sup> und AK100<sup>®</sup> (Polydimethylsiloxane), Wacker Siliconöl Z 30<sup>®</sup> (Octamethylcyclotetrasiloxan).

Weiterhin bevorzugt sind Halogen- (z.B. Chlor und/oder Fluor-) substituierte Silicone oder funktionalisierte Silicone wie z.B. Amino-, Vinyl-, Allyl-funktionelle Silicone.

Weiterhin bevorzugt sind Methylphenylpolysiloxane.

Weiterhin bevorzugt sind Copolymere Siloxane z.B. von Dimethylpolysiloxane und Polyalkylenethern (z.B. Typ SF 1066<sup>®</sup>, von General Electric Co, USA, mit einer Viskosität von 1600 Centipoises).

Weitere bevorzugte Staubreduktionsadditive sind Ethylenglykol, dessen oligomere und/oder Polymere und deren Ether. Weitere bevorzugte Staubreduktionsadditiv sind Propylenglykol, dessen oligomere und/oder Polymere und deren Ether. Weitere bevorzugte Staubreduktionsadditive sind Butylenglykol, dessen oligomere und/oder Polymere und deren Ether.

Weitere bevorzugte Staubreduktionsadditiv sind Rizinusöl, Glycerin, Di-2-ethylhexylphthalat und Phthalsäurepolyester.

Weitere bevorzugte Staubreduktionsadditive sind aromatische und aliphatische Phosphorsäureester wie z.B. Diphenylcresylphosphate, Tricresylphosphate, Diphenyl-2-ethyl-hexylphosphate und Tris-2-ethyl-hexylphosphate, Tris-(chlorisopropyl)-phosphat, Triethylphosphat, N,N-Dihydroxyethyl-aminomethanphosphonsäurediethylester

Weitere bevorzugte Staubreduktionsadditiv sind Astacin Finish PUD<sup>®</sup> (BASF AG, Ludwigshafen, 40 %, wässrig, Dispersion eines anionischen Polyesterpolyurethane nach DE 2 645 779 C3).

Weitere bevorzugte Staubreduktionsadditive sind Wachse. Diese sind natürlich oder künstlich gewonnene Stoffe, die bei 20°C fest und knetbar und über 40°C ohne Zersetzung schmelzend und niedrigviskos sind. Wachse gehen in der Regel

zwischen 50 und 90°C, in Ausnahmefällen auch bis zu etwa 200°C, in den schmelzflüssigen, niedrigviskosen Zustand über. Man unterscheidet natürliche Wachse wie Carnaubawachs, chemisch modifizierte Wachse wie Montanesterwachse und synthetische Wachse wie Polyethylenwachse.

5

Bevorzugte Montanwachse für die Kunststoffverarbeitung sind Gleitmittel und interne Trennmittel für die Verarbeitung von Polyvinylchlorid, Polyolefinen, Polyamind, Polystyrol, linearen Polyestern, thermoplastischem Polyurethan, härtbaren Formmassen und anderen Kunststoffen. Sie sind Folgeprodukte der Raffination von

10 Rohmontanwachs, das durch Extraktion von Braunkohle gewonnen wird. Sie stellen langkettige Carbonsäuren der Kettenlängen C<sub>28</sub>-C<sub>32</sub>, deren Voll- und Teilester mit Ethylenglykol Glycerin, Butylenglykol und Erdalkalisalze von teilhydrolysierten Estern dar, z.B. Licowax E<sup>®</sup>, Licowax WE 4<sup>®</sup> und Licowax OP<sup>®</sup>.

15 Bevorzugte Polyethylenwachse sind für den Polymerbereich (PVC, Gummi, Polyolefine) geeignet. z.B. Licowax PE 520<sup>®</sup>, Licowax PE 810<sup>®</sup>, Licowax PE 820<sup>®</sup>, Licowax PE 830<sup>®</sup>, Licowax PE 840<sup>®</sup>, Licomont CaV<sup>®</sup>, Licolub WE4<sup>®</sup>, Ceridust 5551<sup>®</sup>.

Besonders bevorzugt sind dispergierte oder mikronisierte Wachse wie z.B. Agroc<sup>®</sup> 20 09 (wässrige Wachsdispersion auf Basis Montanwachs, enthält 23 % Wachs) oder Ceridust 5551<sup>®</sup>, teilverseiftes Esterwachs einer Montansäure, mikronisiert, Teilchengröße 9 µm der Fa. Clariant GmbH.

Bevorzugt handelt es sich bei dem Staubreduktionsadditiv um natürliche, chemisch 25 modifizierte und/oder synthetische Wachse; besonders bevorzugt um Carnaubawachse und Montanwachse.

Die mittlere Teilchengröße der staubarmen, pulverförmigen Flamschutzmittelzusammensetzung beträgt 0,1 bis 1000 µm, bevorzugt 1 bis 30 100 µm.

Die bevorzugte Schüttdichte der staubarmen, pulverförmigen Flamschutzmittelzusammensetzung beträgt 80 bis 800 g/l, besonders bevorzugt 200 bis 700 g/l.

Bevorzugte Mengen-Verhältnisse von Staubreduktionsadditiv zu phosphororganischer Flammschutzkomponente sind 1 zu 9999 bis 1 zu 4, bevorzugt 1 zu 99 bis 1 zu 19.

5

Die Erfindung betrifft auch ein Verfahren zur Herstellung der erfindungsgemäßen staubarmen, pulverförmigen Flammschutzmittelzusammensetzungen, dadurch gekennzeichnet, dass man das Staubreduktionsadditiv in Wasser emulgiert und dann diese Emulsion zu einer wässrigen Suspension der phosphororganischen Flammschutzkomponente gibt und 0,1 bis 100 Stunden bei 20 bis 200°C rührt, den Feststoff abtrennt, mit Wasser wäscht und anschließend trocknet.

10



Im Detail wird dies so ausgeführt, indem das Staubreduktionsadditiv, gegebenenfalls unter Zuhilfenahme eines geeigneten Emulgators (z.B. Arkopal N 090® der Firma Clariant GmbH) in Wasser emulgiert wird. Die wässrige Emulsion wird zu einer wässrigen Suspension der POF gegeben und 0,1 bis 100 Stunden bei 20 bis 200°C gerührt. Der Feststoff wird danach abgetrennt. Geeignete Verfahren dazu sind Filtrieren, Zentrifugieren, Dekantieren. Der Feststoff wird mit Wasser gewaschen. Geeignete Feststoff-zu-Waschwasser-Verhältnisse sind 1 zu 100 bis 1 zu 0,5.

15

20

Anschließend wird der feuchte Feststoff bei 20 bis 400°C getrocknet. Dies kann im Trockenschrank erfolgen. Bevorzugt ist jedoch die Trocknung im Heißluftstrom, z.B. einem Spin-flash-Trockner der Fa. Anhydro oder einem Trockner, der nach dem Wirbelbett-Prinzip arbeitet. Weiterhin bevorzugt ist die Trocknung bei vermindertem Druck. Bevorzugt ist auch die Sprühtrocknung einer Suspension des gewaschenen Feststoffs.



25

Die erfindungsgemäße Staubreduktion in wässriger Phase führt in überraschender Weise dazu, dass die angestrebten Effekte bei sehr geringen Gehalten an Staubreduktionsadditiv erreicht werden.

30

Die erfindungsgemäße staubarme, pulverförmige Flammschutzmittelzusammensetzung kann in einer Ausführungsform hergestellt werden, indem man das Staubreduktionsadditiv in flüssiger Form in einem geeigneten Mischer zu der bewegten phosphororganischen

Flammschutzkomponente gibt und 0,1 bis 100 Stunden bei 20 bis 200°C mischt und gegebenenfalls anschließend bei 20 bis 400°C trocknet. Bei Umgebungstemperatur feste Staubreduktionsadditive werden dazu aufgeschmolzen.

- 5 Die erfindungsgemäße staubarme, pulverförmige  
Flammschutzmittelzusammensetzung kann in einer weiteren Ausführungsform hergestellt werden, indem das feste Staubreduktionsadditiv in einem geeigneten Mischer zu der bewegten phosphororganischen Flammschutzkomponente gegeben, 0,1 bis 100 Stunden gemischt und dabei bis zum Schmelzpunkt des  
10 Staubreduktionsadditivs erhitzt wird. Geeignete Temperaturen sind 20 bis 200°C.

- Geeignete Mischer können sein: Pflugscharmischertypen der Fa. Lödige, Ringspaltmischertypen der Fa. Lödige, (z.B. Typ CB30), Flexomix-Mischertypen der Fa. Schugi, Ringspaltmischer Typ HEC der Fa. Niro, Ringschichtmischer (z.B. Typ  
15 K-TTE4) der Fa. Drais/Mannheim, Eirich-Mischer (z.B. Typ R02), Telschig-Mischer (Typ WPA6), Zig-Zag-Mischer der Fa. Niro.

Die zunächst entstehende Produktmischung kann in einem geeigneten Trockner getrocknet beziehungsweise zum weiteren Kornaufbau getempert werden.

- 20 Erfindungsgemäße Trockner können sein: Fließbettrockner der Fa. Hosokawa Schugi (Typen: Schugi Fluid-Bed, Vometec Fließbett-Trockner), Wirbelbettrockner der Fa. Waldner bzw. der Fa. Glatt, Turbo-Flugschichtrockner der Fa. Waldner, Spin-flash-Trockner der Fa. Anhydro sowie Trommeltrockner.

- 25 Bevorzugte Betriebsbedingungen im Fließbettrockner sind: Lufteintrittstemperatur 120 bis 280°C, Produkttemperatur 20 bis 200°C.

Die verbleibende Feuchte der erfindungsgemäßen staubarmen, pulverförmigen Flammschutzmittelzusammensetzung beträgt 0,01 bis 10 %, bevorzugt 0,05 bis 1 %.

30

Die Rieselfähigkeit der erfindungsgemäßen staubarmen, pulverförmigen Flammschutzmittelzusammensetzung beträgt, bestimmt in Anlehnung an DIN 53916 und ausgedrückt als der Cotangens des Schüttwinkels  $\Phi$ , bevorzugt 1 bis 2, besonders bevorzugt 1,2 bis 1,8.

Die Staubneigung der erfindungsgemäßen staubarmen, pulverförmigen Flammenschutzmittelzusammensetzung beträgt 1 bis 65 %, bevorzugt 5 bis 60 %.

- 5 Die Erfindung betrifft auch eine flammgeschützte Polymerformmasse, die die erfindungsgemäße staubarme, pulverförmige Flammenschutzmittelzusammensetzung enthält.

Bevorzugt enthält die flammgeschützte Polymerformmasse

- 10 1 bis 50 Gew.-% staubarme, pulverförmige Flammenschutzmittelzusammensetzung,  
1 bis 99 Gew.-% thermoplastisches Polymer oder Mischungen derselben  
0 bis 60 Gew.-% Additive  
0 bis 60 Gew.-% Füllstoff.

- 15 Besonders bevorzugt enthält die flammgeschützte Polymerformmasse  
5 bis 30 Gew.-% staubarme, pulverförmige Flammenschutzmittelzusammensetzung,  
5 bis 90 Gew.-% thermoplastisches Polymer oder Mischungen derselben  
5 bis 40 Gew.-% Additive  
5 bis 40 Gew.-% Füllstoff.

20

Bevorzugt enthält die flammgeschützte Polymerformmasse weiterhin Komponenten B und/oder C, wie zuvor beschrieben.

25

Bevorzugt handelt es sich bei den thermoplastischen Polymeren um Polystyrol-HI (High-Impact), Polyphenylenether, Polyamide, Polyester, Polycarbonate und Blends oder Polymerblends vom Typ ABS (Acrylnitril-Butadien-Styrol) oder PC/ABS (Polycarbonat/ Acrylnitril-Butadien-Styrol).

Besonders bevorzugt handelt es sich bei den thermoplastischen Polymeren um Polyamid, Polyester oder ABS.

30

Die Erfindung betrifft schließlich auch Polymer-Formkörper, -Filme, -Fäden und -Fasern, enthaltend die erfindungsgemäße staubarme, pulverförmige Flammenschutzmittelzusammensetzung.



Bei dem Polymer der Polymer-Formkörper, -Filme, -Fäden und -Fasern handelt es sich um ein thermoplastisches oder duroplastisches Polymer.

5 Bevorzugt handelt es sich den thermoplastischen Polymeren um Polystyrol-HI (High-Impact), Polyphenylenether, Polyamide, Polyester, Polycarbonate und Blends oder Polymerblends vom Typ ABS (Acrylnitril-Butadien-Styrol) oder PC/ABS (Polycarbonat/ Acrylnitril-Butadien-Styrol), Polyamid, Polyester und/oder ABS.

10 Bevorzugte thermoplastische Polymere sind Polyethylen (PE), Polypropylen (PP), Polystyrol (PS), Polyvinylchlorid (PVC), Polyacrylnitril (PAN) und Polyacrylate.

Bevorzugt handelt es sich bei den duroplastischen Polymeren um Formaldehyd-, Epoxid-, Melamin-, Phenolharz-Polymere und/oder Polyurethane.

15 Bevorzugt enthalten die Polymer-Formkörper, -Filme, -Fäden und -Fasern  
1 bis 50 Gew.-% staubarme, pulverförmige Flammenschutzmittelzusammensetzung,  
1 bis 99 Gew.-% Polymer oder Mischungen derselben  
0 bis 60 Gew.-% Additive  
0 bis 60 Gew.-% Füllstoff.

20

Besonders bevorzugt enthalten die Polymer-Formkörper, -Filme, -Fäden und -Fasern

5 bis 30 Gew.-% staubarme, pulverförmige Flammenschutzmittelzusammensetzung,  
5 bis 90 Gew.-% Polymer oder Mischungen derselben

25 5 bis 40 Gew.-% Additive  
5 bis 40 Gew.-% Füllstoff.

Die erfindungsgemäße staubarme, pulverförmige Flammenschutzmittelzusammensetzung wird bevorzugt in Compounds angewendet,  
30 die weiter zur Erzeugung von Polymer-Formkörpern verwendet werden.  
Erfindungsgemäß sind auch Polymer-Formkörper, die die erfindungsgemäßen staubarmen, pulverförmigen Flammenschutzmittelzusammensetzung enthalten.

Die flammhemmenden Komponenten können in thermoplastische Polymere eingearbeitet werden, indem z.B. alle Bestandteile als Pulver und/oder Granulat in einem Mischer vorgemischt und anschließend in einem Compoundieraggregat (z.B. einem Doppelschneckenextruder) in der Polymerschmelze homogenisiert werden.

- 5 Die Schmelze wird üblicherweise als Strang abgezogen, gekühlt und granuliert. Die Komponenten können auch separat über eine Dosieranlage direkt in das Compoundieraggregat eingebracht werden.

Es ist ebenso möglich, die flammhemmenden Zusätze einem fertigen

- 10 Polymergranulat bzw. -pulver beizumischen und die Mischung direkt auf einer Spritzgussmaschine zu Formteilen zu verarbeiten.

- Bevorzugte Füllstoffe sind Glas (bevorzugt in Kugel oder in Faserform), Oxide und/oder Hydroxide der Elemente der zweiten und dritten Hauptgruppe des Periodensystems der Elemente (bevorzugt Aluminium und Magnesium), Schichtsilicate und Tonminerale z.B. Bentonite, Montmorillonite, Hectorite, Saponite, gefällte/pyrogene/kristalline/amorphe Kieselsäuren, Kreide.
- 15

- Bevorzugte Additive sind Synergisten, Antioxidantien, Lichtschutzmittel, Gleitmittel, Farbmittel, Nukleierungsmittel oder Antistatika sein. Beispiele für die verwendbaren Zusätze sind in EP 0 584 567 A1 angegeben.
- 20

- Die Erfindung betrifft auch eine Intumeszenz-Flammschutz-Beschichtung enthaltend mindestens 1 bis 50 % staubarme, pulverförmige Flammschutzmittelzusammensetzung und 0 bis 60 % Ammoniumpolyphosphat
- 25

Beispiele

Bestimmung der Staubreduktionsadditiv-Konzentration

30

50 g Probenmaterial werden in einen 500 ml-Messkolben eingewogen, mit Aceton bis zur Marke aufgefüllt und auf einem Magnetrührer 10 bis 15 Minuten gerührt. Anschließend wird über ein Faltenfilter (32 cm Durchmesser) filtriert; das Filtrat wird in einem trockenen Glasgefäß aufgefangen. Das meist trübe Filtrat wird dann mit



10 bis 20 Tropfen einer Lösung von 10 g konzentrierter Salzsäure in 100 ml Aceton versetzt und nach gründlichem Mischen über doppelte Faltenfilter (32 cm in einen trockenen 250 ml-Messkolben filtriert. Das klare, leicht gelblich gefärbte Filtrat wird in einen gewogenen 500 ml-Destillationskolben mit 2 bis 3 Siedesteinen gegeben.

- 5 Nach dem Abdestillieren der Hauptmenge des Acetons wird der Destillationskolben in einem elektrisch beheizten Trockenschrank bei 120°C bis zur Gewichtskonstanz erhitzt. Nach dem Erkalten des Kolbens wird die Additiv Menge gravimetrisch ermittelt.

## 10 Bestimmung der Rieselfähigkeit

Die Bestimmung der Rieselfähigkeit erfolgte mit dem in der DIN 53 916 angegebenen Testgerät nach PFRENGLE. (DIN 53 916 (Ausgabe August 1974): Bestimmung der Rieselfähigkeit von Pulvern und Granulaten.)

15

## Bestimmung der Staubneigung

In eine Waschflasche werden 10 g des zu untersuchenden Materials eingewogen.

Bei einem Gasstrom von 1 l/min wird durch das Material 20 min Stickstoff

- 20 durchgeleitet. Die danach zurückbleibende Pulvermenge wird gewogen. Der ausgetragene Anteil wird durch die Einwaage dividiert und auf 100 % bezogen.

## Bestimmung der Kornverteilung mit dem Microtrac Granulometer

- 25 Die Teilchengröße in wässriger Dispersion wird mit Hilfe eines Granulometer Microtrac ASVR/FRA der Fa. Leeds u. Northrup bestimmt. Gemessen wird die Reflexion bzw. Beugung eines Laserstrahls beim Durchdringen der Dispersion. Hierfür werden 400 ml Ethanol durch die Lasermesszelle gepumpt. Automatisch wird die Festkörperprobe (z.B. 70 mg) zudosiert und nach 10 min die
- 30 Teilchengrößenverteilung bestimmt. Die Auswertungseinheit des Gerätes berechnet den  $d_{50}$ - und den  $d_{90}$ -Wert.

Herstellung, Verarbeitung und Prüfung von flammhemmenden Compounds (Polymerformmasse) und Kunststoff-Formkörper:

Die Flammenschutzmittelkomponenten werden mit dem Polymergranulat und evtl. Additiven vermischt und auf einem Doppelschnecken-Extruder (Typ Leistritz LSM 30/34) bei Temperaturen von 230 bis 260°C (PBT-GV) bzw. von 260 bis 280°C (PA 66-GV) eingearbeitet. Der homogenisierte Polymerstrang wurde abgezogen, im  
5 Wasserbad gekühlt und anschließend granuliert.

Nach ausreichender Trocknung wurden die Formmassen auf einer Spritzgießmaschine (Typ Aarburg Allrounder) bei Massetemperaturen von 240 bis 270°C (PBT-GV) bzw. von 260 bis 290°C (PA 66-GV) zu Prüfkörpern verarbeitet.

10

Beispiel 1 (erfindungsgemäß)

250 g Diethylphosphinsäure-Aluminiumsalz werden in 1 l vollentsalztem Wasser dispergiert. Die Dispersion wird auf 60°C erwärmt. Zwischenzeitlich wurden 1 g Arkopal N 080® und 25 g Di-2-ethylhexylphthalat (DOP) eingewogen und mit 100 g  
15 vollentsalztem Wasser emulgiert. Von der DOP-Emulsion wird soviel zum Diethylphosphinsäure-Aluminiumsalz ( $d_{50} = 49$ ) getropft wie 0,4 g DOP entspricht und 1 h bei 60°C gerührt. Der Feststoff wird abfiltriert und der Filterkuchen mit 1 l vollentsalztem Wasser gewaschen. Die Trocknung erfolgt bei 120°C im Vakuumtrockenschrank. Das Produkt enthält 0,05 Gew.-% Di-2-ethylhexylphthalat.

20

Beispiel 2 (erfindungsgemäß)

Wie in Beispiel 1 wird zu einer 60°C warmen Dispersion von 250 g Diethylphosphinsäure-Aluminiumsalz soviel von der DOP-Emulsion wird soviel zum Diethylphosphinsäure-Aluminiumsalz getropft wie 1 g DOP entspricht, gerührt, der  
25 Feststoff abfiltriert, gewaschen, getrocknet und ein Produkt erhalten, das 0,12 Gew.-% Di-2-ethylhexylphthalat enthält.

Beispiel 3 (erfindungsgemäß)

Wie in Beispiel 1 wird zu einer 60°C warmen Dispersion von 250 g Diethylphosphinsäure-Aluminiumsalz soviel von der DOP-Emulsion wird soviel zum Diethylphosphinsäure-Aluminiumsalz getropft wie 2 g DOP entspricht, gerührt, der  
30 Feststoff abfiltriert, gewaschen, getrocknet und ein Produkt erhalten, das 0,23 Gew.-% Di-2-ethylhexylphthalat enthält.

#### Beispiel 4 (erfindungsgemäß)

Wie in Beispiel 1 wird zu einer 60°C warmen Dispersion von 250 g Diethylphosphinsäure-Aluminiumsalz soviel von der DOP-Emulsion wird soviel zur Diethylphosphinsäure-Aluminiumsalz getropft wie 10 g DOP entspricht, gerührt, der  
 5 Feststoff abfiltriert, gewaschen, getrocknet und ein Produkt erhalten, das 1,06 Gew.-% Di-2-ethylhexylphthalat enthält.

#### Beispiel 5 (erfindungsgemäß)

In einem Haushalts-Multimixer (Fa. Braun) werden 0,25 g Genapol 2822® mit  
 10 249,75 g Diethylphosphinsäure-Aluminiumsalz 5 min vermischt.

#### Beispiel 6 (erfindungsgemäß)

In einem Haushalts-Multimixer (Fa. Braun) werden 2,5 g Genapol 2822® mit 247,5 g Diethylphosphinsäure-Aluminiumsalz 5 min vermischt.

15

#### Beispiel 7 (erfindungsgemäß)

In einem Haushalts-Multimixer (Fa. Braun) werden 12,5 g Genapol 2822® mit 237,5 g Diethylphosphinsäure-Aluminiumsalz 5 min vermischt.

#### 20 Beispiel 8 (erfindungsgemäß)

In einem Haushalts-Multimixer (Fa. Braun) werden 25 g Genapol 2822® mit 225 g Diethylphosphinsäure-Aluminiumsalz 5 min vermischt.

#### Beispiel 9 (erfindungsgemäß)

25 In einem Haushalts-Multimixer (Fa. Braun) werden 250 g Melaminpolyphosphat Melapur® MP (Melaminphosphat), Fa. DSM Melapur, NL und mit 250 g Diethylphosphinsäure-Aluminiumsalz 5 min vermischt.

#### Beispiel 10 (erfindungsgemäß)

30 In einem Haushalts-Multimixer (Fa. Braun) werden 2,5 g Genapol 2822 mit 247,5 g des Produktes aus Beispiel 9 5 min vermischt.

### Beispiel 11 (erfindungsgemäß)

25 Teile des FlammSchutzmittels aus Beispiel 10 werden mit 45 Teilen Polybutylenterephthalat-Granulat, 30 Teilen Glasfasern vermischt und auf einem Doppelschnecken-Extruder (Typ Leistritz LSM 30/34) bei Temperaturen von 230 bis 260°C (PBT-GV) eingearbeitet. Der homogenisierte Polymerstrang wird abgezogen, im Wasserbad gekühlt und anschließend granuliert. Nach ausreichender Trocknung wurden die Granulate auf einer Spritzgießmaschine (Typ Aarburg Allrounder) bei Massetemperaturen von 240 bis 270°C (PBT-GV) zu Formkörpern verarbeitet. Im UL94-Brandtest wird die V-0-Klassifizierung erzielt.

10

### Beispiel 12 (erfindungsgemäß)

2000 g Diethylphosphinsäure-Aluminiumsalz ( $d_{50} = 11 \mu\text{m}$ ) werden in ca. 3000 g vollentsalztem Wasser dispergiert. 200 g Agrocer® 09 wird zu dem dispergierten Diethylphosphinsäure-Aluminiumsalz eingerührt. Dieses Gemisch wird 1 Stunde bei Raumtemperatur gerührt. Das behandelte Diethylphosphinsäure-Aluminiumsalz wird nun abfiltriert (Filterpapier: Blauband), der Filterkuchen mit ca. 3500 ml vollentsalztem Wasser gewaschen und bei 120°C im Vakuumtrockenschrank getrocknet. Es werden 2020 g staubarme, pulverförmige FlammSchutzmittelzusammensetzung erhalten.

20

### Beispiel 13 (erfindungsgemäß)

2000 g Diethylphosphinsäure-Aluminiumsalz ( $d_{50} = 11 \mu\text{m}$ ) werden in ca. 3000 g vollentsalztem Wasser dispergiert. 400 g Agrocer® 09 wird zu dem dispergierten Diethylphosphinsäure-Aluminiumsalz eingerührt. Dieses Gemisch wird 1 Stunde bei Raumtemperatur gerührt. Das behandelte Diethylphosphinsäure-Aluminiumsalz wird nun abfiltriert (Filterpapier: Blauband), der Filterkuchen mit ca. 3500 ml vollentsalztem Wasser gewaschen und bei 120°C im Vakuumtrockenschrank getrocknet. Es werden 2058 g staubarme, pulverförmige FlammSchutzmittelzusammensetzung mit einer mittleren Teilchengröße  $d_{50}$  von 13  $\mu\text{m}$  erhalten.

30

Tabelle

Bei- spiel	*POF  g	Additiv		Produkt				
		Typ	Einwaage	Additiv- gehalt	Staub- neigung	Riesel- fähigkeit	Schütt- dichte	mittlere Teilchen- größe d <sub>50</sub> µm
			g	%	%	cot Phi	g/l	
Vgl.		-	-	0	66	1,2	677	59
1	250	Di-2-ethylhexylphthalat (DOP)	0,4	0,05	60	1,4	-	-
2	250	Di-2-ethylhexylphthalat (DOP)	1	0,12	58	1,4	511	-
3	250	Di-2-ethylhexylphthalat (DOP)	2	0,23	57	1,5	-	-
4	250	Di-2-ethylhexylphthalat (DOP)	10	1,06	56	1,7	466	-
5	249,75	Genapol 2822	0,25	0,1	40	-	-	-
6	247,5	Genapol 2822	2,5	1	38	1,6	426	-
7	237,5	Genapol 2822	12,5	5	35	1,3	-	-
8	225	Genapol 2822	25	10	33	1	502	-
10	247,5	Genapol 2822	2,5	1	35	1,5	-	-
12	2000	Agrocer 09 (23%ig)	200	2,20	27	1,6	389	-
13	2000	Agrocer 09 (23%ig)	400	4	25	1,5	413	13

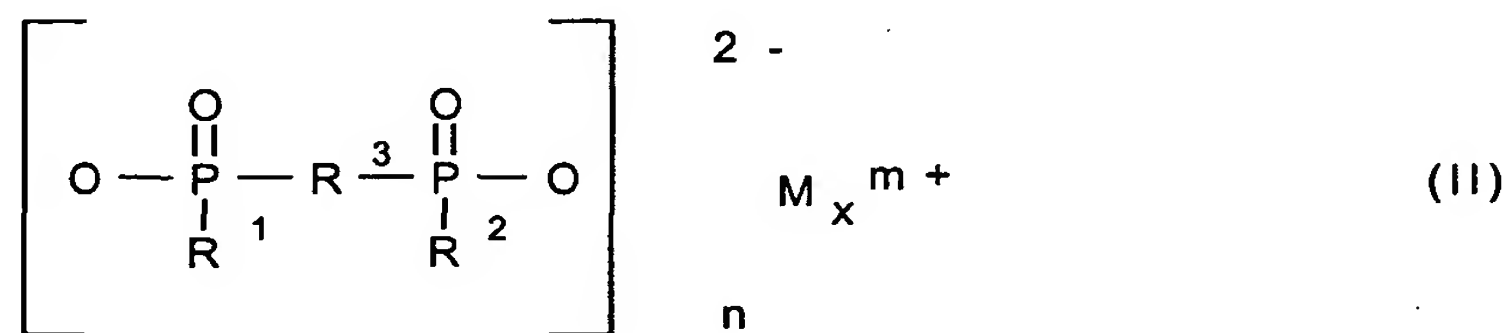
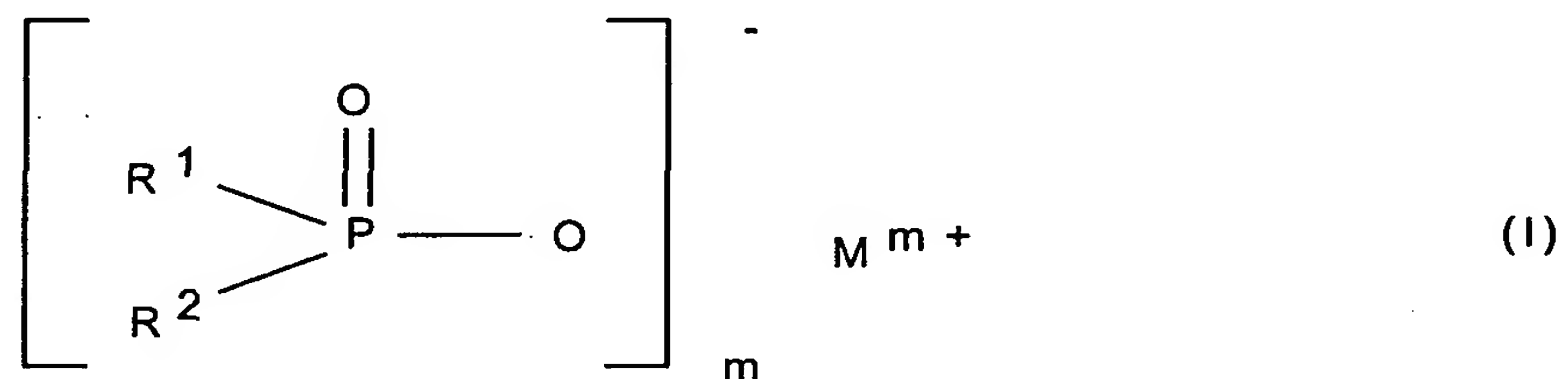
\*POF: Phosphororganische Flammschutzkomponente

# Patentansprüche

1. Staubarme, pulverförmige Flammenschutzmittelzusammensetzung aus einer phosphororganischen Flammschutzkomponente und mindestens einem

5 Staubreduktionsadditiv.

2. Staubarme, pulverförmige Flammenschutzmittelzusammensetzung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei der phosphororganischen Flammschutzkomponente um ein Phosphinsäuresalz der Formel (I) und/oder ein  
10 Diphosphinsäuresalz der Formel (II) und/oder deren Polymere (Komponente A) handelt,



• worin

15  $\text{R}^1, \text{R}^2$  gleich oder verschieden sind und  $\text{C}_1\text{-C}_6\text{-Alkyl}$ , linear oder verzweigt und/oder Aryl;

$\text{R}^3$   $\text{C}_1\text{-C}_{10}\text{-Alkylen}$ , linear oder verzweigt,  $\text{C}_6\text{-C}_{10}\text{-Arylen}$ , -Alkylarylen oder -Arylalkylen;

20 M Mg, Ca, Al, Sb, Sn, Ge, Ti, Zn, Fe, Zr, Ce, Bi, Sr, Mn, Li, Na, K und/oder eine protonierte Stickstoffbase;

m 1 bis 4;

n 1 bis 4;

x 1 bis 4

bedeuten.

3. Staubarme, pulverförmige Flammschutzmittelzusammensetzung nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass M Calcium, Aluminium oder Zink bedeutet.
- 5 4. Staubarme, pulverförmige Flammschutzmittelzusammensetzung nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass  $R^1$ ,  $R^2$  gleich oder verschieden sind und  $C_1$ - $C_6$ -Alkyl, linear oder verzweigt und/oder Phenyl bedeuten.
- 10 5. Staubarme, pulverförmige Flammschutzmittelzusammensetzung nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass  $R^1$ ,  $R^2$  gleich oder verschieden sind und Methyl, Ethyl, n-Propyl, iso-Propyl, n-Butyl, tert.-Butyl, n-Pentyl und/oder Phenyl bedeuten.
- 15 6. Staubarme, pulverförmige Flammschutzmittelzusammensetzung nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass  $R^3$  Methylen, Ethylen, n-Propylen, iso-Propylen, n-Butylen, tert.-Butylen, n-Pentylen, n-Octylen oder n-Dodecylen; Phenylen oder Naphthylen; Methylphenylen, Ethylphenylen, tert.-Butylphenylen, Methylnaphthylen, Ethylnaphthylen oder tert.-Butylnaphthylen;  
20 Phenylmethylen, Phenylethylen, Phenylpropylen oder Phenylbutylen bedeutet.
- 25 7. Staubarme, pulverförmige Flammschutzmittelzusammensetzung nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass sie und/oder die phosphororganische Flammschutzkomponente weiterhin Melaminphosphat, Dimelaminphosphat, Melaminpyrophosphat, Melaminpolyphosphate, Melampolyphosphate, Melempolyphosphate und/oder Melonpolyphosphate enthält.
- 30 8. Staubarme, pulverförmige Flammschutzmittelzusammensetzung nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass sie und/oder die phosphororganische Flammschutzkomponente weiterhin Melaminkondensationsprodukte wie Melam, Melem und/oder Melon enthalten.
9. Staubarme, pulverförmige Flammschutzmittelzusammensetzung nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass sie und/oder



die phosphororganische Flammenschutzkomponente weiterhin oligomere Ester des Tris(hydroxyethyl)isocyanurats mit aromatischen Polycarbonsäuren, Benzoguanamin, Tris(hydroxyethyl)isocyanurat, Allantoin, Glycouril, Melamin, Melamincyanurat, Dicyandiamid und/oder Guanidin enthalten.

5

10. Staubarme, pulverförmige Flammenschutzmittelzusammensetzung nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass sie und/oder die phosphororganische Flammenschutzkomponente stickstoffhaltige Phosphate der Formeln  $(\text{NH}_4)_y \text{H}_{3-y} \text{PO}_4$  bzw.  $(\text{NH}_4 \text{PO}_3)_z$ , mit y gleich 1 bis 3 und z gleich 1 bis 10.000, enthält.

10

11. Staubarme, pulverförmige Flammenschutzmittelzusammensetzung nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass sie und/oder die phosphororganische Flammenschutzkomponente als Komponente B eine synthetische anorganische Verbindung und/oder ein mineralisches Produkt enthält.

15

12. Staubarme, pulverförmige Flammenschutzmittelzusammensetzung nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei der Komponente B um eine Sauerstoffverbindung des Siliciums, um Magnesiumverbindungen, um Metallcarbonate von Metallen der zweiten Hauptgruppe des Periodensystems, um roten Phosphor, um Zink- oder Aluminiumverbindungen handelt.

20

13. Staubarme, pulverförmige Flammenschutzmittelzusammensetzung nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 12, dadurch gekennzeichnet, dass sich bei den Sauerstoffverbindungen des Siliciums um Salze und Ester der Orthokieselsäure und deren Kondensationsprodukte, um Silikate, Zeolithe und Kieselsäuren, um Glas-, Glas-Keramik oder Keramik-Pulver; bei den Magnesiumverbindungen um Magnesiumhydroxid, Hydrotalcite, Magnesium-Carbonate oder Magnesium-Calcium-Carbonate; bei den Zinkverbindungen um Zinkoxid, -stannat, -hydroxystannat, -phosphat, -borat oder -sulfide; bei den Aluminiumverbindungen um Aluminiumhydroxid oder -phosphat handelt.

25

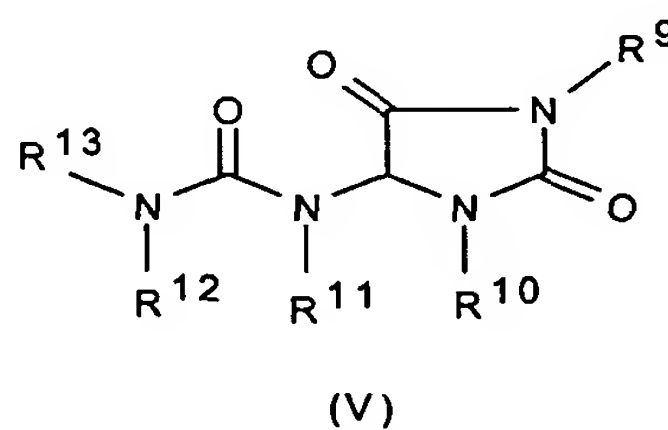
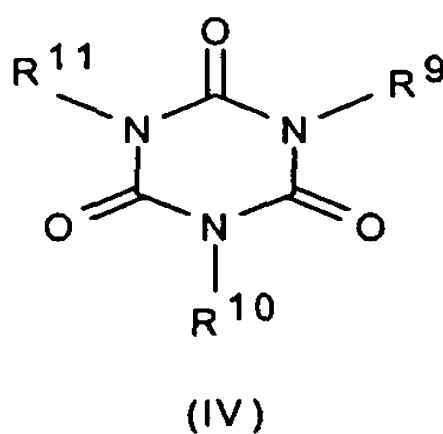
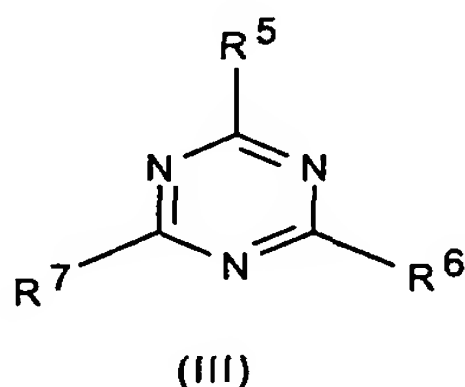
30



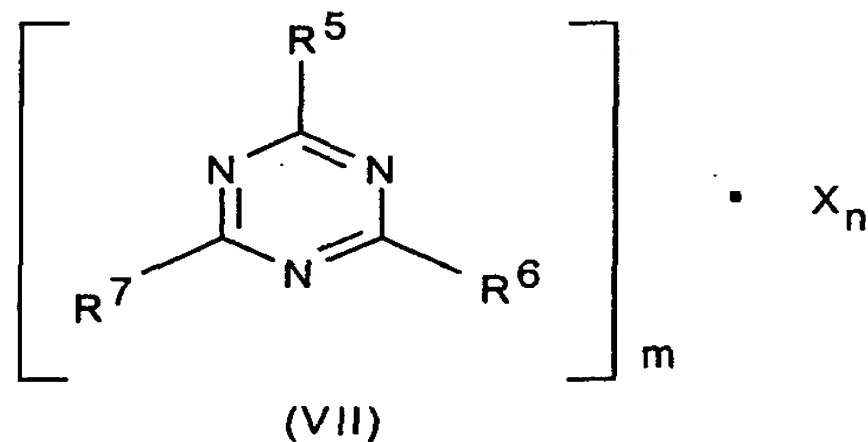
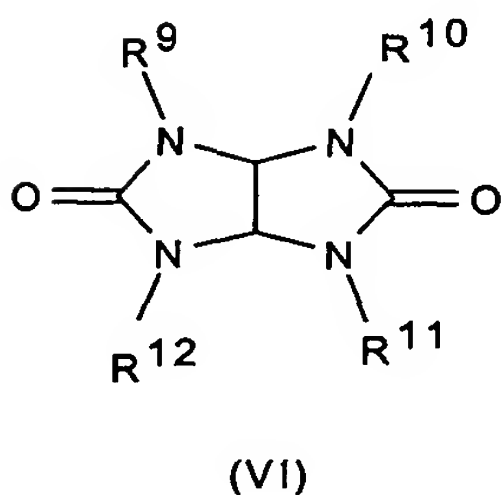
14. Staubarme, pulverförmige Flammschutzmittelzusammensetzung nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 13, dadurch gekennzeichnet, dass sie und/oder die phosphororganische Flammschutzkomponente als weitere Komponente C Stickstoffverbindungen enthält.

5

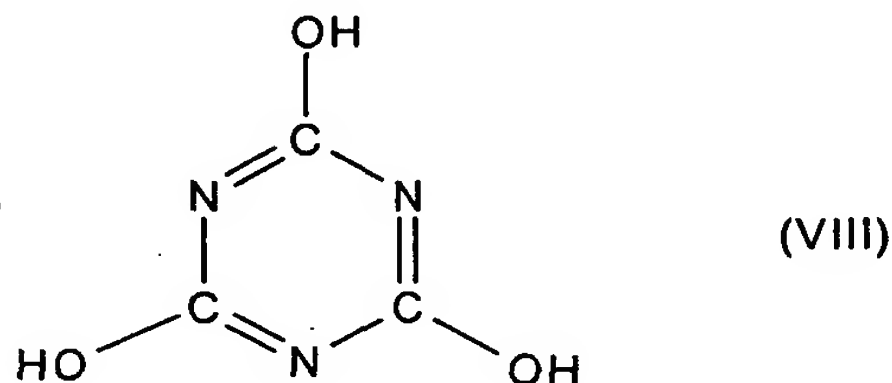
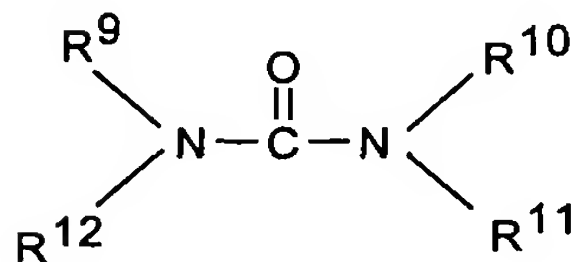
15. Staubarme, pulverförmige Flammschutzmittelzusammensetzung nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 14, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei den Stickstoffverbindungen um solche der Formeln (III) bis (VIII) oder Gemische davon



10



15



worin

$R^5$  bis  $R^7$  Wasserstoff,  $C_1$ - $C_8$ -Alkyl,  $C_5$ - $C_{16}$ -Cycloalkyl oder -Alkylcycloalkyl, ggf.

20

substituiert mit einer Hydroxy- oder einer  $C_1$ - $C_4$ -Hydroxyalkyl-Funktion,  $C_2$ - $C_8$ -Alkenyl,  $C_1$ - $C_8$ -Alkoxy, -Acyl, -Acyloxy,  $C_6$ - $C_{12}$ -Aryl oder -Arylalkyl, - $OR^8$  und

-N(R<sup>8</sup>)R<sup>9</sup>, sowie N-alicyclisch oder N-aromatisch,

R<sup>8</sup> Wasserstoff, C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>-Alkyl, C<sub>5</sub>-C<sub>16</sub>-Cycloalkyl oder -Alkylcycloalkyl, ggf. substituiert mit einer Hydroxy- oder einer C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Hydroxyalkyl-Funktion, C<sub>2</sub>-C<sub>8</sub>-Alkenyl, C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>-Alkoxy, -Acyl, -Acyloxy oder C<sub>6</sub>-C<sub>12</sub>-Aryl oder -Arylalkyl,

5 R<sup>9</sup> bis R<sup>13</sup> die gleichen Gruppen wie R<sup>8</sup> sowie -O-R<sup>8</sup>,

m und n unabhängig voneinander 1, 2, 3 oder 4,

X Säuren, die Addukte mit Triazinverbindungen (III) bilden können, bedeuten.

10 16. Staubarme, pulverförmige Flammenschutzmittelzusammensetzung nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 15, dadurch gekennzeichnet, dass sie und/oder die phosphororganische Flammenschutzkomponente weiterhin Carbodiimide enthalten.

15 17. Staubarme, pulverförmige Flammenschutzmittelzusammensetzung nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 16, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei dem Staubreduktionsadditiv um Alkylalkoxylate mit 8 bis 22 C-Atomen und 1 bis 80 EO-Einheiten pro Mol Alkohol handelt.

20 18. Staubarme, pulverförmige Flammenschutzmittelzusammensetzung nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 16, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei dem Staubreduktionsadditiv um Paraffinöle und/oder Mineralöle mit Siedepunkten über ca. 360°C, Weichparaffin mit Schmelzpunkten von ca. 38 bis 60°C, Tafelparaffine mit Schmelzpunkten von ca. 60 bis 62°C und/oder chloriertes Paraffinöl, mit einem Chlorgehalt von 70 % und einer Viskosität von 1200 Centipoise, handelt.

25

30 19. Staubarme, pulverförmige Flammenschutzmittelzusammensetzung nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 16, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei dem Staubreduktionsadditiv um Silikonöle mit Molekulargewichten von 1000 bis 150000 g/Mol und Viskositäten von 10 bis 1.000.000 mPas\*s; um halogensubstituierte Silicone oder funktionalisierte Silicone; um Methylphenylpolysiloxane oder copolymere Siloxane; um Rizinusöl, Glycerin, Di-2-ethylhexyl-phthalat oder Phthalsäurepolyester; um aromatische und aliphatische Phosphorsäureester sowie anionische Polyesterpolyurethane; um Ethylenglykol,

Propylenglykol und/oder Butylenglykol, deren Oligomere und/oder Polymere und/oder deren Ether handelt.

20. Staubarme, pulverförmige Flammenschutzmittelzusammensetzung nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 16, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei dem Staubreduktionsadditiv um natürliche, chemisch modifizierte und/oder synthetische Wachse; bevorzugt um Carnaubawachse und Montanwachse, handelt.

21. Staubarme, pulverförmige Flammenschutzmittelzusammensetzung nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 20, dadurch gekennzeichnet, dass sie eine mittlere Teilchengröße von 0,1 bis 1000 µm, bevorzugt 1 bis 100 µm aufweisen.

22. Staubarme, pulverförmige Flammenschutzmittelzusammensetzung nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 21, dadurch gekennzeichnet, dass sie eine mittlere Schüttdichte von 80 bis 800 g/l, bevorzugt 200 bis 700 g/l, aufweisen.

15

23. Staubarme, pulverförmige Flammenschutzmittelzusammensetzung nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 22, dadurch gekennzeichnet, dass das Mengenverhältnis von Staubreduktionsadditiv zu phosphororganischer Flammenschutzkomponente 1 zu 999 bis 1 zu 4, bevorzugt 1 bis 99 bis 1 zu 19 beträgt.

20

24. Verfahren zur Herstellung von staubarmen, pulverförmigen

Flammenschutzmittelzusammensetzungen nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 23, dadurch gekennzeichnet, dass man das Staubreduktionsadditiv in Wasser emulgiert und dann diese Emulsion zu einer wässrigen Suspension der phosphororganischen Flammenschutzkomponente gibt und 0,1 bis 100 Stunden bei 20 bis 200°C rührt, den Feststoff abtrennt, mit Wasser wäscht und anschließend trocknet.

25

25. Verfahren zur Herstellung von staubarmen, pulverförmigen Flammenschutzmittelzusammensetzungen nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 23, dadurch gekennzeichnet, dass man das Staubreduktionsadditiv in flüssiger Form in einem geeigneten Mischer zu der bewegten phosphororganischen

30

Flammschutzkomponente gibt und 0,1 bis 100 Stunden bei 20 bis 200°C mischt und anschließend bei 20 bis 400°C trocknet.

26. Verfahren zur Herstellung von staubarmen, pulverförmigen

- 5 Flammschutzmittelzusammensetzungen nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 23, dadurch gekennzeichnet, dass man das feste Staubreduktionsadditiv in einem geeigneten Mischer zu der bewegten phosphororganischen Flammschutzkomponente gibt, 0,1 bis 100 Stunden mischt und dabei bis zum Schmelzpunkt des Staubreduktionsadditivs erhitzt.

10

27. Flammgeschützte Polymerformmasse, dadurch gekennzeichnet, dass sie eine staubarme, pulverförmige Flammschutzmittelzusammensetzung nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 23 enthält.

- 15 28. Flammgeschützte Polymerformmasse nach Anspruch 27, dadurch gekennzeichnet, dass sie

1 bis 50 Gew.-% staubarme, pulverförmige Flammschutzmittelzusammensetzung,  
1 bis 99 Gew.-% thermoplastisches Polymer oder Mischungen derselben  
0 bis 60 Gew.-% Additive

- 20 0 bis 60 Gew.-% Füllstoff enthält.

29. Flammgeschützte Polymerformmasse nach Anspruch 27 oder 28, dadurch gekennzeichnet, dass sie

5 bis 30 Gew.-% staubarme, pulverförmige Flammschutzmittelzusammensetzung,  
25 5 bis 90 Gew.-% thermoplastisches Polymer oder Mischungen derselben  
5 bis 40 Gew.-% Additive  
5 bis 40 Gew.-% Füllstoff enthält.

30. Flammgeschützte Polymerformmasse nach einem oder mehreren der

- 30 Ansprüche 27 bis 29, dadurch gekennzeichnet, dass sie weiterhin Komponenten B und/oder C enthalten.

31. Flammgeschützte Polymerformmasse nach einem oder mehreren der Ansprüche 27 bis 30, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei den

thermoplastischen Polymeren um Polystyrol-HI (High-Impact), Polyphenylenether, Polyamide, Polyester, Polycarbonate und Blends oder Polymerblends vom Typ ABS (Acrylnitril-Butadien-Styrol) oder PC/ABS (Polycarbonat/ Acrylnitril-Butadien-Styrol) handelt.

5

32. Flammgeschützte Polymerformmasse nach einem oder mehreren der Ansprüche 27 bis 31, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei den thermoplastischen Polymeren um Polyamid, Polyester oder ABS handelt.

10

33. Polymer-Formkörper, -Filme, -Fäden und -Fasern enthaltend eine staubarme, pulverförmige Flammenschutzmittelzusammensetzung nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 23.

15

34. Polymer-Formkörper, -Filme, -Fäden und -Fasern nach Anspruch 33, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei dem Polymer um ein thermoplastisches oder duroplastisches Polymer handelt.

20

35. Polymer-Formkörper, -Filme, -Fäden und -Fasern nach Anspruch 33 oder 34, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei dem bei den thermoplastischen Polymeren um Polystyrol-HI (High-Impact), Polyphenylenether, Polyamide, Polyester, Polycarbonate und Blends oder Polymerblends vom Typ ABS (Acrylnitril-Butadien-Styrol) oder PC/ABS (Polycarbonat/ Acrylnitril-Butadien-Styrol), Polyamid, Polyester und/oder ABS handelt.

25

36. Polymer-Formkörper, -Filme, -Fäden und -Fasern nach Anspruch 33 oder 34, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei den duroplastischen Polymeren um Formaldehyd-, Epoxid-, Melamin- Phenolharz-Polymere und/oder Polyurethane handelt.

30

37. Polymer-Formkörper, -Filme, -Fäden und -Fasern nach einem oder mehreren der Ansprüche 33 bis 36, dadurch gekennzeichnet, dass sie 1 bis 50 Gew.-% staubarme, pulverförmige Flammenschutzmittelzusammensetzung, 1 bis 99 Gew.-% Polymer oder Mischungen derselben 0 bis 60 Gew.-% Additive

0 bis 60 Gew.-% Füllstoff enthalten.

38. Polymer-Formkörper, -Filme, -Fäden und -Fasern nach einem oder mehreren der Ansprüche 33 bis 37, dadurch gekennzeichnet, dass sie

- 5 5 bis 30 Gew.-% staubarme, pulverförmige Flammenschutzmittelzusammensetzung,
- 5 bis 90 Gew.-% Polymer oder Mischungen derselben
- 5 bis 40 Gew.-% Additive
- 5 bis 40 Gew.-% Füllstoff enthalten.

## Zusammenfassung

Staubarme, pulverförmige Flammschutzmittelzusammensetzung

- 5 Die Erfindung betrifft eine staubarme, pulverförmige  
Flammschutzmittelzusammensetzung aus einer phosphororganischer  
Flammschutzkomponente und mindestens einem Staubreduktionsadditiv, ein  
Verfahren zur Herstellung solcher Flammschutzmittelzusammensetzungen und  
Polymer-Formmassen, die solche Flammschutzmittelzusammensetzungen  
10 enthalten.